

10.09.2004

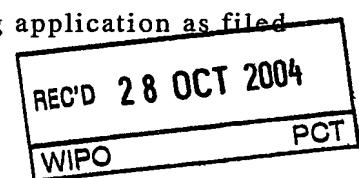
日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

JP04/13574

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2004年 2月 5日



出願番号
Application Number: 特願 2004-029986
[ST. 10/C]: [JP 2004-029986]

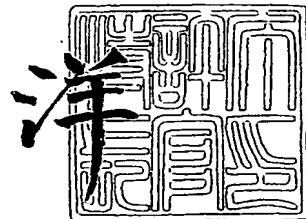
出願人
Applicant(s): 太陽化学株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年10月15日

特許長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川



【書類名】 特許願
【整理番号】 P040205-08
【提出日】 平成16年 2月 5日
【あて先】 特許庁長官殿
【発明者】
 【住所又は居所】 三重県四日市市赤堀新町9番5号 太陽化学株式会社内
 【氏名】 寺本 華奈江
【発明者】
 【住所又は居所】 三重県四日市市赤堀新町9番5号 太陽化学株式会社内
 【氏名】 北畠 幸一
【発明者】
 【住所又は居所】 三重県四日市市赤堀新町9番5号 太陽化学株式会社内
 【氏名】 柳 正明
【発明者】
 【住所又は居所】 三重県四日市市赤堀新町9番5号 太陽化学株式会社内
 【氏名】 南部 宏暢
【発明者】
 【住所又は居所】 三重県四日市市赤堀新町9番5号 太陽化学株式会社内
 【氏名】 山崎 義樹
【特許出願人】
 【識別番号】 000204181
 【住所又は居所】 三重県四日市市赤堀新町9番5号
 【氏名又は名称】 太陽化学株式会社
 【代表者】 山崎 長宏
 【電話番号】 0593(47)5413
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 055594
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1

【書類名】特許請求の範囲

【請求項1】

0. 8～20nmの六方構造の細孔を有する多孔質シリカを含有することを特徴とするフィルタ用組成物。

【請求項2】

多孔質シリカに植物ポリフェノール類が担持されていることを特徴とする請求項1記載のフィルタ用組成物。

【請求項3】

請求項1または2記載のフィルタ用組成物を含有するフィルタ。

【書類名】明細書

【発明の名称】フィルタ用組成物

【技術分野】

【0001】

本発明は、0.8～20nmの六方構造の細孔を有する多孔質シリカを含有することを特徴とする、調湿機能と消臭機能、化学物質の吸着機能を併せ持つフィルタ用組成物及びこれを用いたフィルタに関するものである。

【背景技術】

【0002】

喫煙等によって生じる臭気成分は、同定されているだけでもおよそ20数種類が知られている。その主成分は酢酸、アンモニア、およびアセトアルデヒドの3種であり、このうち酢酸とアンモニアは、それぞれ酸性およびアルカリ性の物質で中和することによって比較的簡単に除去できるが、中性物質であるアセトアルデヒドの除去は難しいといわれている。

【0003】

また、建築構造の変化に伴う室内の気密性の向上にしたがって、壁紙の接着剤や新建材等から発生する易揮発性物質（VOC）、とくにホルムアルデヒドの、人体に及ぼす影響がいわゆるシックハウス症候群として問題視され、それに対応すべく建築の脱ホルマリン化が進行しつつあるが、その進行の度合いは遅々としたものであり、またとくに、脱ホルマリン化の処置なしで既に建てられてしまった建築に対してはほとんど対策が施されていないのが現状である。しかもホルムアルデヒドは、前記アセトアルデヒドと同様に中性物質であるため、その除去が容易でないという問題もある。

【0004】

また同じく室内の気密性の向上にしたがって、インフルエンザ等が以前よりも伝染しやすい傾向になりつつあることが取り沙汰されており、とくに室内環境での調湿、抗菌及び消臭が、今後の重要な課題となりつつある。

【0005】

さらに最近の清潔志向の高まりにともなって多くの分野で、抗菌を謳った製品が製品化される傾向にあるが、今度は逆に、製品に添加される抗菌剤自体の安全性に対する疑問の声もあがっており、安全で、いわゆる人にやさしい抗菌剤が求められている。

【0006】

例えば茶の抽出成分や、あるいは柿、リンゴ等の果実類の抽出成分に代表される植物ポリフェノール類（通常はタンニン類、カテキン類、フラボノイド類等の複数のポリフェノールの混合物）は、天然に存在する成分であって安全性にすぐれる上、細菌やウイルスの繁殖を抑制する効果、つまり抗菌効果を有し、しかもアンモニアやアミン類、アルデヒド類等の臭気成分に対しても強い消臭効果を有することが知られている。

【0007】

そこで、かかる植物ポリフェノール類を抗菌消臭剤として、空気清浄機用のフィルタを構成する繊維の表面に付着させて使用すること（例えば、特許文献1、2参照）が検討されている。

【0008】

しかし植物ポリフェノール類は、水分の存在下においては良好な抗菌、消臭効果を発揮するものの、乾燥状態では十分に機能しないために、上記の構成では、その使用状況（とくに使用時の湿度）等にもよるが、抗菌、消臭効果が十分に発揮されないおそれがある。

【0009】

また、上記のように植物ポリフェノール類を、いわば剥き出しの状態で使用した場合には、当該植物ポリフェノール類が酸化劣化、あるいは加水分解する等して徐々に失われてしまうために、効果の持続性にも問題が生じる。これを回避する手段として、植物ポリフェノール類を、水溶液の状態で活性炭に保持させた抗菌消臭剤（例えば、特許文献3参照）が検討されている。しかし、活性炭は、とくに乾燥した環境下では水を長期間に亘って

保持できずに短期間で放出してしまい、その時点で抗菌、消臭効果が著しく低下することになるため、実際には、効果の持続性についてはあまり改善されないという問題がある。

【0010】

また、非晶質リン酸カルシウムや吸湿性物質に植物ポリフェノール類に保持させる方法（例えば、特許文献4、5参照）が検討されているが、多湿時の過吸湿による問題や、調湿機能と消臭機能、化学物質の吸着機能全てを満足させるには至っておらず、更なる改善が望まれていた。

【0011】

【特許文献1】特開平10-315号公報（第1-9頁）

【特許文献2】特開平9-141021号公報（第1-5頁）

【特許文献3】特開平8-291013号公報（第1-5頁）

【特許文献4】特開2000-135277（第1-9頁）

【特許文献5】特開2000-327512（第1-8頁）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

本発明の課題は、十分な調湿機能と消臭機能、化学物質の吸着機能を併せ持つフィルタを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0013】

本発明者らは、十分な調湿機能と消臭機能、化学物質の吸着機能を併せ持つフィルタを開発することを目標として鋭意研究を積み重ねた結果、多孔質シリカ、特にポリフェノールを担持させた多孔質シリカが、優れた特性を有することを見出し、本発明を完成するに至った。

【発明の効果】

【0014】

本発明によれば、十分な調湿機能と消臭機能、化学物質の吸着機能を併せ持ち、その機能を長期間に亘って十分に發揮させることができ、しかも安全で人にやさしい新規なフィルタを提供することができる。

また、本発明のフィルタは、上記の特性を利用して、例えばエアコン、空気清浄機、石油ファンヒータ、加湿器、除湿機、電気掃除機、マスク等用の、空気清浄のためのフィルタに好適に使用することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

本発明における、多孔質シリカとは、0.8~20nmの六方構造の多孔質構造を持つケイ素酸化物を主成分とする物質である。

本発明における多孔質シリカの平均細孔径は、0.8~20nmであれば良いが、更に好ましくは1~10nm、最も好ましくは2~5nmである。

本発明における多孔質シリカの平均粒子径は、特に限定されるものではないが、好ましくは50nm~100μm、更に好ましくは50nm~10μmであり、更に好ましくは50nm~500nmであり、最も好ましくは50nm~300nmである。

本発明における多孔質シリカの比表面積は、特に限定されるものではないが、好ましくは400m²/g~1500m²/gであり、さらに好ましくは600m²/g~1200m²/gである。

本発明における多孔質シリカの細孔容量は、特に限定されるものではないが、好ましくは、0.1cm³/g~3.0cm³/gであるようにコントロールされたものが良く、更に好ましくは、0.2cm³/g~2.0cm³/gであるようにコントロールされたものが良い。

【0016】

本発明における細孔の形状はX線回折等により確認することができ、平均粒子径はレー

ザー回折法又は、動的光散乱法により測定することができる。また、平均細孔径及び、比表面積、細孔容量は公知のB E T法による窒素吸着等温線等から求めることができる。

【0017】

本発明における多孔質シリカの製造方法は、特に限定されるものではないが、例えば、無機原料を有機原料と混合し、反応させることにより、有機物を鋳型としてそのまわりに無機物の骨格が形成された有機物と無機物の複合体を形成させた後、得られた複合体から、有機物を除去する方法が挙げられる。

【0018】

有機原料と無機原料の混合法は、特に限定されるものではないが、無機原料に重量比で2倍以上のイオン交換水を添加後、40℃～80℃で1時間以上攪拌した後に、有機原料を添加することが好ましい。

【0019】

有機原料と無機原料との混合比は特に限定されるものではないが、有機原料：無機原料の比は好ましくは重量比で1：0. 1～1：5、更に好ましくは1：0. 1～1：3である。

【0020】

有機原料と無機原料を反応させる際のpH条件は特に限定されるものではないが、好ましくはpH1.1以上で1時間以上攪拌し、pHを8.0～9.0とした後、1時間以上混合反応させることが好ましい。

【0021】

無機原料は、珪素を含有する物質であれば特に限定されない。珪素を含有する物質としては、例えば、層状珪酸塩、非層状珪酸塩等の珪酸塩を含む物質及び珪酸塩以外の珪素を含有する物質が挙げられる。層状珪酸塩としては、カネマイト(NaHSi₂O₅·3H₂O)、ジ珪酸ナトリウム結晶(Na₂Si₂O₅)、マカタイト(NaHSi₄O₉·5H₂O)、アイラアイト(NaHSi₈O₁₇·XH₂O)、マガディアイト(Na₂HSi₁₄O₂₉·XH₂O)、ケニヤアイト(Na₂HSi₂₀O₄₁·XH₂O)等が挙げられ、非層状珪酸塩としては、水ガラス(珪酸ソーダ)、ガラス、無定形珪酸ナトリウム、テトラエトキシシラン(TEOS)、テトラメチルアンモニウム(TMA)シリケート、テトラエチルオルトリリケート等のシリコンアルコキシド等が挙げられる。また、珪酸塩以外の珪素を含有する物質としては、シリカ、シリカ酸化物、シリカー金属複合酸化物、シリカと金属酸化物等が挙げられ、例示した珪素を含有する物質は、それぞれ単独で又は2種以上を混合して用いることができる。

【0022】

有機原料としては、陽イオン性、陰イオン性、両性、非イオン性の界面活性剤、高分子ポリマ等が挙げられ、これは単独で又は2種以上を混合して用いることができる。

【0023】

陽イオン性界面活性剤としては、第1級アミン塩、第2級アミン塩、第3級アミン塩、第4級アンモニウム塩等が挙げられ、これらの中では第4級アンモニウム塩が好ましい。アミン塩は、アルカリ性域では分散性が不良のため、合成条件が酸性域でのみ使用されるが、第4級アンモニウム塩は、合成条件が酸性、アルカリ性のいずれの場合にも使用することができる。

第4級アンモニウム塩としては、オクチルトリメチルアンモニウムクロリド、オクチルトリメチルアンモニウムプロミド、オクチルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、デシルトリメチルアンモニウムクロリド、デシルトリメチルアンモニウムプロミド、デシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ドデシルトリメチルアンモニウムクロリド、ドデシルトリメチルアンモニウムプロミド、ドデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムクロリド、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムプロミド、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、オクタデシルトリメチルアンモニウムクロリド、オクタデシルトリメチルアンモニウムプロミド、オクタデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ベヘニルトリメチルアンモニウムクロリド、ベヘニルト

リメチルアンモニウムプロミド、ベヘニルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、テトラデシルトリメチルアンモニウムクロリド、テトラデシルトリメチルアンモニウムプロミド、テトラデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ベンジルトリメチルアンモニウムクロリド、ベンジルトリメチルアンモニウムプロミド、ベンジルトリメチルアンモニウムヒドロキシド等のアルキル（炭素数8～22）トリメチルアンモニウム塩が好ましい。

【0024】

陰イオン性界面活性剤としては、カルボン酸塩、硫酸エステル塩、スルホン酸塩、リン酸エステル塩等が挙げられ、なかでも、セッケン、高級アルコール硫酸エステル塩、高級アルキルエーテル硫酸エステル塩、硫酸化油、硫酸化脂肪酸エステル、硫酸化オレフィン、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、パラフィンスルホン酸塩及び高級アルコールリン酸エステル塩等が好ましく、これは単独で又は2種以上を混合して用いることができる。

【0025】

両性界面活性剤としては、ラウリルアミノプロピオン酸ナトリウム、ステアリルジメチルベタイン、ラウリルジヒドロキシエチルベタイン等が好ましく、これらは単独で又は2種以上を混合して用いることができる。

【0026】

非イオン界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン2級アルコールエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンステロールエーテル、ポリオキシエチレンラノリン酸誘導体、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリプロピレングリコール、ポリエチレングリコール等のエーテル型のものや、ポリオキシエチレンアルキルアミン等の含窒素型のものが好ましく、これは単独で又は2種以上を混合して用いることができる。

【0027】

無機原料として、層状珪酸塩以外の珪素を含有する物質、例えばシリカ（SiO₂）等の酸化珪素を使用する場合は、カネマイト等の層状シリケートをまず形成し、この層間に有機物による鋳型を挿入し、鋳型が存在しない層間をシリケート分子で繋ぎ、その後有機物による鋳型を除去して細孔を形成することができる。また、水ガラス等の非層状珪酸塩を使用する場合は、鋳型の周囲にシリケートモノマーを集合させ、重合してシリカを形成し、次に鋳型を取り除いて細孔を形成することができる。

【0028】

一方、有機材料として界面活性剤を使用し、界面活性剤を鋳型として細孔を形成する場合は、鋳型としてミセルを利用することができる。また、界面活性剤のアルキル鎖長をコントロールすることにより、鋳型の径を変化させ、形成する細孔の径を制御することができる。さらに、界面活性剤と共にトリメチルベンゼン、トリプロピルベンゼン等の比較的疎水性の分子を添加することにより、ミセルが膨張し、更に大きな細孔の形成が可能となる。これらの方法を利用することにより、最適な大きさの細孔が形成できる。

【0029】

無機原料と有機原料を混合する場合、適当な溶媒を用いても良い。溶媒としては、特に限定されるものではないが、水、アルコール等が挙げられる。

【0030】

有機物と無機物の複合体から有機物を除去する方法としては、複合体を濾取し、水等により洗浄、乾燥した後、400℃～600℃で焼成する方法や、有機溶媒等により抽出する方法が挙げられる。

【0031】

本発明における多孔質物質は、アミノ基含有珪素化合物を結合担持させることが好ましい。

【0032】

アミノ基含有珪素化合物としては、特に限定するものではないが、1個以上のアミノ基と、多孔質物質表面の水酸基との結合に供される1個の結合官能基とを備えたもの、例え

ば（3-アミノプロピル）メチルエトキシシランの他、2個以上のアミノ基を備えるBis（3-アミノプロピル）メチルエトキシシランやTriis（3-アミノプロピル）エトキシシラン等が用いられる。

アミノ基含有珪素化合物の結合担持方法としては特に限定されるものではないが、例えば、水等に分散混合し、担持させ、更に必要に応じて乾燥すれば良い。

【0033】

本発明の多孔質シリカは、公知の方法で粉碎して用いることができる。この場合、例えば、その粒径を50nm～100μm程度に揃えた粉末状態で使用しても良い。

【0034】

本発明の多孔質シリカには、抗菌性を付与するため、植物ポリフェノール類を担持させることが好ましい。

【0035】

本発明の植物ポリフェノール類は、光合成を行う植物のほとんどに含有されている物質であり、その原料となる植物は、特に限定するものではないが、例えば、茶等のツバキ科植物、ブドウ等のブドウ科植物、コーヒー等のアカネ科植物、カカオ等のアオギリ科植物、ソバ等のタデ科植物、グーズベリー、クロフサスグリ、アカスグリ等のユキノシタ科植物、ブルーベリー、ホワートルベリー、ブラックハクルベリー、クランベリー、コケモモ等のツツジ科植物、赤米、ムラサキトウモロコシ等のイネ科植物、マルベリー等のクワ科植物、エルダーベリー、クロミノウグイスカグラ等のスイカズラ科植物、プラム、ヨーロッパブラックベリー、ローガンベリー、サーモンベリー、エゾイチゴ、セイヨウキイチゴ、オオナワシロイチゴ、オランダイチゴ、クロミキイチゴ、モレロチェリー、ソメイヨシノ、セイヨウミザクラ、甜茶、リンゴ等のバラ科植物、エンジュ、小豆、大豆、タマリンド、ミモザ、ペグアセンヤク等のマメ科植物、紫やマイモ等のヤマイモ科植物、カキ等のカキ科植物、ヨモギ、春菊等のキク科植物、バナナ等のバショウ科植物、ヤマカラムラサキイモ等のヒルガオ科植物、ローゼル等のアオイ科植物、赤シソ等のシソ科植物、赤キヤベツ等のアブラナ科植物等が挙げられ、これらの植物に応じて果実、果皮、花、葉、茎、樹皮、根、塊根、種子、種皮等の部位が任意に選ばれる。

【0036】

植物ポリフェノールは、これらの植物より、熱水、酢酸エチル、メタノール、エタノール、イソプロパノール等の溶媒により抽出することができる。

中でも、ツバキ科植物である茶葉より抽出して得られる植物ポリフェノールが好ましい。その具体的な物質名としては、カテキン、ガロカテキン、ガロカテキンガレート、エピカテキン、エピカテキンガレート、エピガロカテキン、エピガロカテキンガレート、テアフラビン等があり、これらから選ばれる一種又は二種以上の混合物が挙げられる。

また、抽出物中の植物ポリフェノールの純度についても特に限定するものではなく、好ましくは40%以上であり、より好ましくは、60%以上である。

なお、サンフラボン（太陽化学株式会社製）、テアフラン（株式会社伊藤園製）、サンウーロン（サントリー株式会社製）、ポリフェノン（東京フードテクノ株式会社製）等、市販の植物ポリフェノール含有素材も使用できる。

【0037】

多孔質シリカと植物ポリフェノール類との配合割合はとくに限定されないが、多孔質シリカ100重量部に対し、植物ポリフェノール類10～1000重量部が好ましく、20～500重量部が更に好ましく、50～200重量部が最も好ましい。

植物ポリフェノール類が、上記範囲よりも少ない場合は、消臭機能が劣る場合があり、上記範囲よりも多い場合は、全量が多孔質シリカに担持されないため、持続性に乏しくなる場合がある。

【0038】

本発明において、多孔質シリカに植物ポリフェノール類を担持させる方法は、特に限定するものではなく、例えば、多孔質シリカと適当な溶媒に溶解した植物ポリフェノール類を混合し、または混合した後に必要があれば乾燥処理することにより得ることができる。

なお、ここでいう混合とはミキサーやニーダー等通常用いられる混合機を適宜選択し、均質に混合することを指し、混合条件は含有される組成物の混合比及び量等によって適宜設定される。

【0039】

またこの際、両成分の攪拌、混合をさらに容易にするとともに、フィルタ用には基材への塗布に適した濃度に液を調整するため等の目的で、さらに水等を添加しても良い。

【0040】

本発明のフィルタ用組成物は、多孔質シリカを含有すれば他の成分については限定するものではなく、多孔質シリカ又はポリフェノール類を担持した多孔質シリカのみでも良く、フィルム用樹脂等フィルタに使用する他の原料をあらかじめ混和したものでも良い。さらに、分散性向上のため、必要に応じて溶媒、界面活性剤を添加することができる。

【0041】

使用する界面活性剤は、特に限定するものではないが、一般に使用できるものであれば良く、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、レシチン及び酵素分解レシチン等より選ばれる少なくとも1種を使用することができ、重合度3以上のポリグリセリンを70%以上含むポリグリセリン脂肪酸エステルを少なくとも1種使用することが好ましい。

【0042】

本発明のフィルタは、本発明のフィルタ用組成物を、通気性を有する基材に担持させることで構成される。

【0043】

フィルタ基材としては、織布、不織布および不織布加工品、ネット、及びスポンジ等の他、ポリエチレンフィルム、ポリプロピレンフィルム、及びポリエチルフィルムの様な汎用の熱可塑性フィルムや薄板、紙及びコルゲートやハニカムなどの紙加工品、金属シートやネット、セラミック基材およびそれらの加工品等が挙げられる。これらの内、フィルムや薄板等の通気性に乏しいシートは、微細な穴をあけて通気性を向上させ、通気性フィルタとしても良く、コルゲートコア状、またはハニカム状等の通気性を有する形状に組み立てたもの等を用いても良い。その中でも、特に不織布等を用いれば、比較的均一な通気性を確保することができるばかりか、封入加工も容易であるため、優位に使用される。

【0044】

このうち前者の、それ自体が通気性を有する基材としては、材料面では、本発明の抗菌消臭剤を良好に保持するために、当該抗菌消臭剤を構成する両成分に対する親和性のよい材料にて形成されたものが好適に使用される。かかる材料としては、例えば陰イオン性官能基（カルボキシル基、スルホン基等）を有する高分子材料や、あるいはセルロース系繊維等があげられる。

また構造面では、抗菌消臭剤を多量に保持できるように嵩高とされたものが好適に使用される。

【0045】

あるいは、自身の持つ静電気力によって、空気中に浮遊する細菌や粉塵等の微小粒子を捕集する機能を有するエレクトレット化不織布を基材として使用すると、低圧損で高効率の捕集、抗菌、消臭効果が期待できる。かかるエレクトレット化不織布としては、とくに捕集効率が高いエレクトレット型の、メルトローン不織布、スプリットファイバー不織布が好適である。

【0046】

基材に多孔質シリカを担持させるには、例えば多孔質シリカを含む液を基材に塗布するか、または上記液中に基材を浸漬したのち引き上げればよい。さらには、上記液をパルプとともに抄紙して、多孔質シリカをその内部に漉き込むことで直接に、フィルタを形成してもよい。

【0047】

なお液には、基材への塗布あるいは含浸後に固化または硬化して、当該基材の表面、または基材を構成する紙等の繊維の表面に多孔質シリカを含む被膜を形成し、あるいはフィルタの抄紙時に、抗菌消臭剤を取り込んだ状態で、パルプを強固に結合させるために機能するバインダを添加してもよい。

【0048】

かかるバインダとしては、例えばアクリル樹脂、アクリルシリコン樹脂、アクリルウレタン樹脂、ウレタン樹脂、水溶性エポキシ樹脂、水性ビニルウレタン樹脂、常乾型フッ素樹脂等の、水溶性またはエマルジョン系の合成樹脂や、セラック樹脂、コーパルゴム、ダンマルゴム等の天然系樹脂、あるいはコロイダルシリカ等の無機系バインダや、ポリイソシアネートとコロイダルシリカとの複合物等の有機・無機複合型バインダ等があげられる。

【0049】

バインダの添加量は、特に限定されるものではないが、多孔質シリカ又は植物ポリフェノールが担持された多孔質シリカ100重量部に対して、5～150重量部が好ましく、20～70重量部が更に好ましい。

【0050】

バインダの添加量がこの範囲より少ないと被膜を形成する効果が十分に得られない恐れがあり、逆にこの範囲より多い場合には、被膜中に多孔質シリカが埋没してしまって、抗菌、消臭効果が低下する恐れがある。

【0051】

本発明のフィルタは、例えばエアコン、空気清浄機、石油ファンヒータ、加湿器、除湿機、電気掃除機、マスク等の、空気清浄のためのフィルタとして、好適に使用することができる。

【実施例】

【0052】

以下、実施例により、本発明を更に説明する。

細孔の形状は全自動X線回折装置（RINT ULTIMA II 理学電機株式会社製）により測定を行った。

平均細孔径、比表面積、吸着容量は公知のBET法による窒素吸着等温線から求めた。

平均粒子径はレーザー回折式粒子径分布測定装置（HELOS & RODOS SYMPATEC社製）により測定した。

【0053】

製造例1. 多孔質シリカの製造例1

日本化学工業株式会社製の粉末珪酸ソーダ（ $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 2.00$ ）50gを界面活性剤であるオクタデシルトリメチルアンモニウムクロリド [$\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}$] の0.1M溶液1000mlに分散させ、70℃で3時間攪拌しながら加熱した。その後70℃で加熱・攪拌しながら、2Nの塩酸を添加して、分散液のpHをpH8.5に下げ、さらに70℃で3時間加熱・攪拌した。固体生成物を一旦濾過し、再度イオン交換水1000mlに分散させ攪拌した。この濾過・分散攪拌を5回繰り返した後40℃で24時間乾燥させた。乾燥させた固体生成物を、窒素ガス中450℃で3時間加熱した後、空気中550℃で6時間焼成することにより多孔質シリカAを得た。

【0054】

得られた多孔質シリカAは、X線回折により六方構造が形成されていることが確認された。また、平均粒子径は380nm、平均細孔径は2.7nm、比表面積は941m²/g、細孔容量は、1.13cm³/gであった。

【0055】

試験例1. 水分呼吸性及び水蒸気吸着等温線の測定

図1に上記で得られた多孔質シリカAの水分呼吸性を測定した結果を示した。

これは、相対湿度20%の雰囲気下であらかじめ乾燥させたサンプルを95%の相対湿度雰囲気下に置いて重量変化を記録し、平衡状態になった時点で（95%の相対湿度雰囲

気下に置いてから100時間後)、再び20%の相対湿度雰囲気下に移して、重量変化を記録した結果をグラフにしたものである。比較のため、粒状充填材として通常用いられるシリカゲル、ゼオライトの水分呼吸性を併記した。それらに比べ、多孔質シリカは高い水分呼吸性を有していることがわかる。

【0056】

製造例2. 多孔質シリカの製造例2

日本化学工業株式会社製の粉末珪酸ソーダ ($\text{SiO}_2 / \text{Na}_2\text{O} = 2.00$) を700°Cで6時間、空气中で焼成し、 $\delta-\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ の結晶を得た。この結晶50gを500mLのイオン交換水に分散させ、25°Cにおいて3時間攪拌した後、濾過により固形分を回収して層状シリケートである湿潤カネマイト50g(乾燥物換算)を得た。

このカネマイトを乾燥することなく、乾燥物換算で50gの湿潤カネマイトを界面活性剤であるオレイル硫酸エステルナトリウムの0.1M溶液1000mLに分散させ、70°Cで3時間攪拌しながら加熱した。その後70°Cで加熱・攪拌しながら、2Nの塩酸を添加して、分散液のpHをpH 8.5に下げた。それから更に70°Cで3時間加熱・攪拌した。固形生成物を一旦濾過し、再度1000mLのイオン交換水に分散させ攪拌した。この濾過・分散攪拌を5回繰り返してから40°Cで24時間乾燥した。この試料を、窒素ガス中450°Cで3時間加熱した後、空气中550°Cで6時間焼成することにより多孔質シリカBを得た。

得られた多孔質シリカBは、X線回折により六方構造が形成されていることが確認された。また、平均粒子径は350nm、平均細孔径は2.9nm、比表面積は932m²/g、細孔容量は、1.09cm³/gであった。

【0057】

製造例3. 多孔質シリカの製造例3

ポリエチレングリコール2g、イオン交換水15g、2N塩酸60mLを80°Cで攪拌し分散させた後、テトラエトキシシラン(TEOS)4.25gを添加し、80°Cで12時間攪拌した。固形生成物を一旦濾過し、再度1000mLのイオン交換水に分散させ攪拌した。この濾過・分散攪拌を5回繰り返してから40°Cで24時間乾燥した。この試料を、窒素ガス中450°Cで3時間加熱した後、空气中550°Cで6時間焼成することにより多孔質シリカCを得た。

得られた多孔質シリカCは、X線回折により六方構造が形成されていることが確認された。また、平均粒子径は300nm、平均細孔径は2.8nm、比表面積は928m²/g、細孔容量は、1.02cm³/gであった。

【0058】

製造例4. 多孔質シリカの製造例4

塩化N,N,N-トリメチル-1-ヘキサデシルアンモニウム29重量%溶液を水酸化物-ハロゲン化物交換樹脂に接触させて調製した水酸化セチルトリメチル(CTMA)溶液100gを、テトラメチルアンモニウム(TMA)シリケート(シリカ10%)水溶液100gに攪拌しながら混合した。遊離水約6重量%と水和結合水約4.5重量%を含み、極限粒子径が約0.02μmの沈降性水和シリカであるハイシリ(HiSi)25gを添加した。得られた混合物を90°Cで1日間反応させた。

得られた固体生成物を濾過して回収し、40°Cで乾燥させた。次に生成物を540°Cの窒素中で1時間、続いて空气中で6時間焼成することにより多孔質シリカDを得た。

得られた多孔質シリカDは、X線回折により六方構造が形成されていることが確認された。また、平均粒子径は1.1μm、平均細孔径は3.9nm、比表面積は945m²/g、細孔容量は、1.15cm³/gであった。

【0059】

製造例5. 多孔質シリカの製造例5

ラウリルアミノプロピオン酸ナトリウム2g、イオン交換水15g、2N塩酸60mLを80°Cで攪拌し分散させた後、テトラエトキシシラン(TEOS)4.25gを添加し、80°Cで12時間攪拌した。固形生成物を一旦濾過し、再度1000mLのイオン交換

水に分散させ攪拌した。この濾過・分散攪拌を5回繰り返してから40℃で24時間乾燥した。この試料を、窒素ガス中450℃で3時間加熱した後、空气中550℃で6時間焼成することにより多孔質シリカEを得た。

得られた多孔質シリカEは、X線回折により六方構造が形成されていることが確認された。また、平均粒子径は $5.1\mu\text{m}$ 、平均細孔径は 3.9nm 、比表面積は $945\text{m}^2/\text{g}$ 、細孔容量は、 $1.15\text{cm}^3/\text{g}$ であった。

【0060】

製造例6. 植物ポリフェノール類を担持した多孔質シリカの製造例

植物ポリフェノール類（緑茶抽出物；サンフラボンHG、太陽化学株式会社製）50gを、水50gに溶解し、上記製造例で得られた多孔質シリカA100gを加え、25℃で30分間攪拌した。その後、ロータリーエバポレーターにて溶媒の濃縮除去を行い乾燥させて、植物ポリフェノール類を担持した多孔質シリカF148gを得た。

【0061】

実施例1. フィルタの製造

上記製造例1～5で得られた多孔質シリカA～E及び製造例6で得られた植物ポリフェノール類を担持した多孔質シリカFを使用して、フィルタを製造した。

通気性基材として、ポリエスチル纖維とレーヨン纖維とをアクリルレジンボンドしてなる坪量 45g/m^2 の乾式不織布に、各試料85gと、スチレンーアクリル共重合樹脂エマルジョンからなるバインダ15gとを攪拌混合してなる塗液を乾燥重量で 30g/m^2 となる様に含浸塗工して乾燥し、本発明のフィルタA～Fを作製した。

【0062】

比較例

製造例で得られた多孔質シリカの代わりに市販のゼオライトを使用する以外は同様にして、比較品のフィルタを作製した。

【0063】

試験例2. アンモニアおよびアセトアルデヒドの吸着試験

小型ファンを入れた5リットルのテトラーパックに3リットルの空気を入れ、その中に実施例1又は比較例1で得られたフィルタを $10\text{cm} \times 10\text{cm}$ に切った試料を吊り下げた後、この容器内にアンモニアおよびアセトアルデヒドをそれぞれ注入した。両成分の濃度は、ガス検知管〔ガステック社製のNo. 3Lおよび92M〕を用いて測定したところ、アンモニアが 60ppm 、アセトアルデヒドが 70ppm であった。そして次に、23℃の状態でファンを回して空気を強制循環させ、注入から10分経過後、および30分経過後の容器内における、アンモニアおよびアセトアルデヒドの濃度(ppm)を、上記ガス検知管を用いて測定した。結果を、対照として、フィルタを密閉容器中に入れなかった場合の結果とあわせて表1に示す。

【0064】

【表1】

	アンモニア (p p m)		アセトアルデヒド (p p m)	
	10分後	30分後	10分後	30分後
本発明品. フィルタA	15	5	25	15
本発明品. フィルタB	15	5	25	15
本発明品. フィルタC	15	5	25	15
本発明品. フィルタD	15	10	30	25
本発明品. フィルタE	15	5	25	15
本発明品. フィルタF	10	5	15	5
比較品	50	45	65	60
対照例. 試料なし	60	60	70	70

【0065】

この試験結果より、本願発明のフィルタは、悪臭の原因となるアンモニアやシックハウスマ病群の原因となるアセトアルデヒドに対し、優れた吸着能を示すことがわかった。

【0066】

試験例3. フィルタの保存後、アンモニアおよびアセトアルデヒドの吸着試験

実施例1で得られたフィルタA及びFについて、上記試験後、密封状態のまま3ヶ月間室温保管した。

室温を23℃に調整し、1時間放置した後、この容器内に試験例2と同様にアンモニアおよびアセトアルデヒドをそれぞれ注入し、注入直後、注入から10分経過後、および30分経過後の容器内における、アンモニアおよびアセトアルデヒドの濃度 (p p m) を、ガス検知管を用いて測定した。その結果を、表2に示す。

【0067】

【表2】

	アンモニア (p p m)			アセトアルデヒド (p p m)		
	直後	10分後	30分後	直後	10分後	30分後
本発明品. フィルタA	60	15	5	70	25	15
本発明品. フィルタF	60	10	5	70	15	5

【0068】

この試験結果より、本願発明のフィルタは、3ヶ月経過後も、優れた吸着能を持続していることがわかった。

【産業上の利用可能性】

【0069】

本発明によれば、十分な調湿機能と消臭機能、化学物質の吸着機能を併せ持ち、その機能を長期間に亘って十分に發揮させることができ、しかも安全で人にやさしい新規なフィルタを提供することができる。

また、本発明のフィルタは、上記の特性を利用して、例えばエアコン、空気清浄機、石油ファンヒータ、加湿器、除湿機、電気掃除機、マスク等用の、空気清浄のためのフィルタに好適に使用することができる。

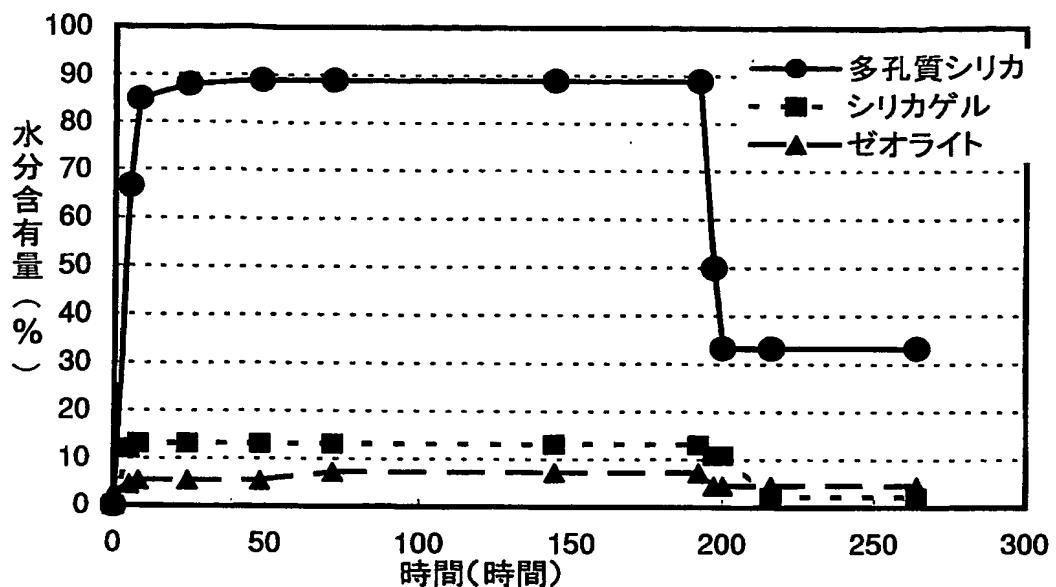
【図面の簡単な説明】

【0070】

【図1】多孔質シリカAの水分呼吸性を測定した結果のグラフである

【書類名】図面

【図1】



【書類名】要約書**【要約】**

【課題】最近の清潔志向の高まりにともなって多くの分野で、抗菌を謳った製品が製品化される傾向にあるが、今度は逆に、製品に添加される抗菌剤自体の安全性に対する疑問の声もあがっており、安全で、いわゆる人にやさしい抗菌剤が求められ、植物ポリフェノール類を抗菌消臭剤として、空気清浄機用のフィルタを構成する繊維の表面に付着させて使用することが検討されているが、水分の存在下においては良好な抗菌、消臭効果を発揮するものの、乾燥状態では十分に機能しないため、効果が十分に発揮されないおそれがある。本発明は、十分な調湿機能と消臭機能、化学物質の吸着機能を併せ持つフィルタを提供することを目的とする。

【解決手段】0.8～20nmの六方構造の細孔を有する多孔質シリカを含有することで本課題を解決する。

【選択図】 図1

特願 2004-029986

出願人履歴情報

識別番号 [000204181]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

[変更理由] 新規登録

住所 三重県四日市市赤堀新町9番5号
氏名 太陽化学株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.